

**GB**

**Norme Nationale de la République Populaire de Chine**

**GB/T 16869 – 2005**

Remplace la norme GB 16869 – 2000

---

## **Produits avicoles frais ou congelés**

**Date de publication : 23/03/2005**

**Date de mise en application : 01/01/2006**

---

**Administration générale du contrôle de la qualité, de l'inspection et de la quarantaine**

**Standardization Administration of China (SAC)**

## PREFACE

Il est recommandé d'appliquer la clause 6 de la présente norme, les autres clauses sont obligatoires.

La présente norme annule et remplace la norme GB 16869 – 2000 Produits avicoles frais ou congelés.

Les modifications suivantes ont été apportées à la norme GB 16869 dans la présente norme :

- Les limites de détection du méthamidophos et du clenbutérol ne sont plus encadrées ;
- Une clause relative au contrôle et à la méthode de mesure des surfaces de sang extravasé et de poils résiduels a été ajoutée, les surfaces de sang extravasé inférieures à 0,5 cm<sup>2</sup> sont négligées ;
- Les exigences technologiques ont été ajustées ;
- La température de congélation à cœur des produits avicoles doit être de -18°C ou moins ;
- La proportion d'eau perdue lors de la décongélation ne doit pas dépasser les 6% ;
- La teneur en plomb ne doit pas dépasser 0,2 mg/kg ;
- La teneur en hexachlorocyclohexane ne doit pas dépasser 0,1 mg/kg (dans le cas d'un échantillon complet) et 1 mg/kg (dans le cas d'un échantillon de graisse) ;
- Le nombre de bactéries coliformes contenues dans les viandes de volaille congelées ne doit pas dépasser 5x10<sup>3</sup> mpn/100g ;
- La limite pour les salmonelles est fixée à 0/25g ;
- La limite pour l'E. coli diarrhégenique et pour l'E. coli hémorragique est fixée à 0/25g ;
- Pour le diéthylstilbestrol, la méthode de détection conforme à la norme SN 0672 s'applique.

La clause 6 de la présente norme relative aux échantillons et aux défauts généralement admis au cours des inspections s'appuie sur les normes d'inspection I et II énoncées dans la Méthode de prélèvement d'échantillons des produits préemballés CAC/RM 42 – 1969.

L'Annexe A de la présente norme est à caractère normatif.

La présente norme a été rédigée par le Comité technique national de normalisation de l'industrie, le Comité technique du ministère de la santé de normalisation sanitaire et le

Comité technique de normalisation sanitaire pour les produits alimentaires.

La présente norme est encadrée par le Comité technique national de normalisation de l'industrie agroalimentaire.

Entités rédactrices de la présente norme : le Service d'inspection et de surveillance sanitaire des produits alimentaires du ministère de la santé, le secrétariat du Comité technique national de normalisation de l'industrie agroalimentaire et le Service de surveillance sanitaire de la ville de Shanghai ont rédigé la présente norme ; le Centre de surveillance technique dans les abattoirs du bureau du commerce intérieur, le Centre de contrôle de la qualité des produits de volaille du ministère de l'agriculture, l'Association des produits carnés de Chine et les Services d'inspection et de quarantaine à l'entrée et à la sortie du territoire de Pékin et de Shenzhen ont également participé à la rédaction.

Entités rédactrices de l'Annexe A : le Centre de recherche sanitaire pour les produits alimentaires de l'institut de médecine préventive de Chine et le Service d'inspection et de surveillance sanitaire des produits alimentaires du ministère de la santé.

La présente norme annule et remplace la norme GB 16869 – 2000, qui remplace elle-même les normes GB 16869 – 1997 et GB 16869 – 1996.

# Produits avicoles frais ou congelés

## 1. Champ d'application

La présente norme encadre les normes et méthodes d'inspection et les exigences techniques relatives à la viande de volaille fraîche et congelée, ainsi que les exigences en matière d'étiquetage, de conditionnement et d'entreposage.

La présente norme s'applique aux produits frais ou congelés transformés et conditionnés dans des abattoirs sains, ainsi qu'aux produits avicoles frais non emballés.

## 2. Documents normatifs cités

Certaines clauses des textes suivants sont reprises ou citées dans la présente norme. Les documents datés, leurs amendements ou correctifs (à l'exception des fautes de frappe) ne sont pas repris par la présente norme, mais les centres de recherche qui valident la présente norme peuvent ou non en consulter les dernières éditions. Les éditions les plus récentes des documents non datés doivent être appliquées.

GB/T 191 Symboles et signes pour le conditionnement, l'entreposage et le transport

GB/T 4789.2 – 2003 Inspection microbiologique sanitaire des produits alimentaires – Détection des colonies bactériales

GB/T 4789.3 – 2003 Inspection microbiologique sanitaire des produits alimentaires – Détection des bactéries coliformes

GB/T 4789.4 – 2003 Inspection microbiologique sanitaire des produits alimentaires – Inspection des salmonelles

GB/T 5009.11 – 2003 Méthode de détection de l'arsenic total et de l'arsenic inorganique dans les produits alimentaires

GB/T 5009.12 – 2003 Méthode de détection du plomb dans les produits alimentaires

GB/T 5009.17 – 2003 Méthode de détection du mercure total et du mercure organique dans les produits alimentaires

GB/T 5009.19 – 2003 Détection des résidus d'hexachlorocyclohexane et de DDT

GB/T 5009.44 – 2003 Méthode analytique d'hygiène sanitaire des produits carnés

GB/T 6388 Symboles et signes pour le transport, le conditionnement, la réception et l'expédition des produits

GB 7718 Norme générale pour l'étiquetage des produits pré-emballés

GB/T 14931.1 – 1994 Méthode de détection des résidus de terramycine, de tetracycline et de chlortétracycline (par chromatographie en phase liquide à haute performance)

SN 0208 – 1993 Méthode d’inspection des résidus de dix types de sulfamidés dans les produits carnés exportés

SN/T 0212.3 – 1993 Méthode d’inspection des résidus de dichlorophénolpyridine dans les produits avicoles exportés (par chromatographie en phase gazeuse)

SN 0672 – 1997 Méthode d’inspection des résidus de diéthylstilbestrol dans les produits carnés exportés (par radio immunodosage)

SN/T 0973 – 2000 Méthode d’inspection de l’E. coli hémorragique dans les produits carnés exportés

### **3. Définitions**

Les définitions ci-après s’appliquent dans la présente norme.

#### **3.1 Produits avicoles frais**

Le terme « produits avicoles frais » désigne les produits avicoles après l’abattage et la transformation maintenus au froid ; le terme comprend les volailles entières éviscérées, les morceaux de volaille (par exemple la chair, les ailes, les cuisses) et les co-produits de volaille (par exemple la tête, le cou, les viscères, les pattes).

#### **3.2 Produits avicoles congelés**

Le terme « produits avicoles congelés » désigne les produits avicoles ayant subi un traitement de congélation après l’abattage et la transformation ; le terme comprend les volailles entières éviscérées, les morceaux de volaille (par exemple la chair, les ailes, les cuisses) et les co-produits de volaille (par exemple la tête, le cou, les viscères, les pattes).

#### **3.3 Impureté**

Le terme « impureté » désigne tout déchet ou polluant détectable à l’œil nu, comme par exemple la peau, les fientes, la bile ou tout autre corps étranger (plastique, métal, résidus).

### **4. Exigences techniques**

#### **4.1 Matières premières**

Les volailles vivantes avant l’abattage doivent provenir de zones saines et satisfaire les exigences d’inspection et de quarantaine.

## 4.2 Transformation

Le processus de transformation ne doit s'appliquer qu'aux volailles satisfaisant les exigences d'inspection et de quarantaine après l'abattage.

### 4.2.1 Traitement

Les volailles doivent être plumées ; les plaies externes, les coulées de sang doivent être nettoyées et pansées.

### 4.2.2 Découpe

Le processus de découpe doit être programmé à l'avance ; il ne doit pas s'écouler plus de deux heures entre la saignée et le conditionnement et la mise en entrepôt réfrigéré.

## 4.3 Congélation

La température à cœur des produits devant être congelés doit atteindre les  $-18^{\circ}\text{C}$  ou moins en l'espace de 12 heures.

## 4.4 Propriétés sensorielles

Les exigences présentées dans le tableau 1 suivant doivent être satisfaites :

**Tableau 1**

Elément considéré	Produits avicoles frais	Produits avicoles congelés (après décongélation)
Etat des tissus	La chair doit être ferme, et retrouver sa forme initiale rapidement après une pression du doigt	Après une pression du doigt, la chair ne retrouve sa forme initiale que lentement et partiellement
Couleur	La peau et la chair doivent être de couleur claire, conforme à la couleur du type de produit avicole considéré	
Odeur	L'odeur doit correspondre à l'odeur habituelle du type de produit avicole considéré ; le produit ne doit pas avoir une odeur anormale	
Bouillon après cuisson	Le bouillon doit être limpide, de couleur conforme au produit avicole considéré ; des bulles de graisse nagent en surface	
Surface S de sang extravasé en $\text{cm}^2$ $S > 1$ $0,5 < S \leq 1$ $S \leq 0,5$	Surface $> 1 \text{ cm}^2$ non autorisée La surface ne doit pas dépasser 2% de l'échantillon Négligeable	
Poils et plumes résiduels (plumes de plus de 12 mm de longueur ou racines de plume de plus de 2 mm de longueur) / (racine/10kg)	$\leq 1$	
Impuretés	Pas d'impuretés	

Attention : les surfaces de sang extravasé sont à calculer pour une volaille entière, ou pour un morceau.

#### 4.5 Normes chimiques

Les produits avicoles frais ou congelés doivent satisfaire les exigences présentées dans le tableau 2 suivant.

**Tableau 2**

Proportion d'eau perdue lors de la décongélation des produits avicoles congelés (%)		≤ 6%
Concentration en azote basique volatil (mg/100g)		≤ 15
Concentration en mercure (mg/kg)		≤ 0,05
Concentration en plomb (mg/kg)		≤ 0,2
Concentration en arsenic (mg/kg)		≤ 0,5
Concentration en Hexachlorocyclohexane (mg/kg)	Pour une teneur en graisse inférieure à 10%, sur un échantillon complet	≤ 0,1
	Pour une teneur en graisse supérieure à 10%, sur un échantillon de graisse	≤ 1
Concentration en DDT (mg/kg)	Pour une teneur en graisse inférieure à 10%, sur un échantillon complet	≤ 0,2
	Pour une teneur en graisse supérieure à 10%, sur un échantillon de graisse	≤ 2
Concentration en DDVP (mg/kg)		≤ 0,05
Concentration en tetracycline (mg/kg)	Chair	≤ 0,25
	Foie	≤ 0,3
	Rein	≤ 0,6
Concentration en chlorotétracycline (mg/kg)		≤ 1
Concentration en terramycine (mg/kg)	Chair	< 0,1
	Foie	≤ 0,3
	Rein	≤ 0,6
Concentration en sulfadimidine (mg/kg)		≤ 0,1
Concentration en dichlorophénolpyridine (mg/kg)		≤ 0,01
Concentration en diéthylstilbestrol		Interdit

#### 4.6 Normes microbiologiques

Les exigences présentées dans le tableau 3 suivant doivent être satisfaites.

**Tableau 3**

Elément considéré	Normes	
	Produits avicoles frais	Produits avicoles congelés
Colonies bactériales (cfu/g)	$\leq 1 \times 10^4$	$\leq 5 \times 10^5$
Bactéries coliformes (mpn/100g)	$\leq 1 \times 10^4$	$\leq 5 \times 10^3$
Salmonelles	0/25 g <sup>a</sup>	
E. Coli hémorragique	0/25 g <sup>a</sup>	
<sup>a</sup> procéder à 5 prélèvements.		

## 5. Méthode d'inspection

### 5.1 Propriétés sensorielles

Les produits congelés doivent être examinés après la décongélation.

#### 5.1.1 Etat des tissus, couleur, odeur

Après avoir été prélevés, les échantillons doivent être placés dans une salle d'examen sous une lumière naturelle ou sous une lumière semblable à la lumière naturelle. L'état des tissus doit être évalué au toucher, la couleur doit être évaluée à l'œil nu et l'odeur en sentant l'échantillon.

#### 5.1.2 Bouillon après cuisson

La procédure est la suivante : prélever un échantillon (se référer au point 6.5.4), introduire 20 g de l'échantillon et 100 ml d'eau dans un bécher, fermer le bécher et le chauffer à 50-60°C. Retirer le couvercle et sentir la préparation. Après ébullition, le bouillon doit être évalué visuellement, de même que les bulles de graisses en surface, et goûté après refroidissement.

#### 5.1.3 Sang extravasé

Après l'évaluation de l'état des tissus, de la couleur et de l'odeur, la méthode qui convient doit être adoptée pour quantifier la surface de sang extravasé.

Pour un lot de taille standard, le pourcentage de la surface totale de sang extravasé de surface S comprise entre 0,5 cm<sup>2</sup> et 1 cm<sup>2</sup> doit être calculé en appliquant la formule suivante :

$$X = \frac{A_1}{A} \times 100$$



Où :

- $X$  est la proportion de la surface totale de sang extravasé de surface  $S$  comprise entre  $0,5 \text{ cm}^2$  et  $1 \text{ cm}^2$  en pourcents (proportion différente si l'on considère l'animal entier, des morceaux, les cuisses ou encore les ailes) ;
- $A$  est la surface totale de produit pour un lot de taille standard ;
- $A_1$  est la surface de sang extravasé de surface  $S$  comprise entre  $0,5 \text{ cm}^2$  et  $1 \text{ cm}^2$  pour un lot de taille standard.

#### 5.1.4 Racines des plumes

Un examen de l'état des tissus, de la couleur et de l'odeur doit être conduit. A l'aide d'une règle de précision  $0,05 \text{ mm}$ , les racines des plumes d'un lot de taille standard de  $10 \text{ kg}$  doivent être évaluées à l'aide de la formule suivante :

$$X_1 = \frac{A_2}{m} \times 10$$

Où :

- $X_1$  représente la quantité de racines pour  $10 \text{ kg}$  d'un lot de taille standard ;
- $A_2$  la quantité de racines totale pour un lot de taille standard ;
- $m$  la masse d'un lot de taille standard en kilogrammes.

#### 5.1.5 Impuretés

L'état des tissus, la couleur et l'odeur doivent être évalués à l'œil nu.

## 5.2 Proportion d'eau perdue lors de la décongélation

### 5.2.1 Equipements et ustensiles

- Une balance électronique de précision  $1 \text{ g}$  ;
- Un thermomètre pour des mesures comprises entre  $-10 \text{ }^\circ\text{C}$  et  $50 \text{ }^\circ\text{C}$ , d'une précision de  $0,5 \text{ }^\circ\text{C}$  ;
- Une cuvette et un tamis.

### 5.2.2 Protocole de mesure

Placer le tamis dans la cuvette à  $2 \text{ cm}$  du fond. Placer  $1000 \text{ g}$  à  $2000 \text{ g}$  de l'échantillon prélevé (6.5.2), mesuré à l'aide de la balance électronique, sur le tamis. Recouvrir l'échantillon avec un film plastique et laisser-le décongeler naturellement entre  $15 \text{ }^\circ\text{C}$  et  $25 \text{ }^\circ\text{C}$ . Lorsque la température à cœur de l'échantillon a atteint  $2 \text{ }^\circ\text{C}$  à  $3 \text{ }^\circ\text{C}$ , retirer le film plastique et peser à nouveau l'échantillon. Laisser l'échantillon sur le tamis pendant  $30 \text{ minutes}$  puis peser le à

nouveau. Répéter l'opération jusqu'à ce que la différence entre deux mesures successives ne dépasse pas les 2 g.

### 5.2.3 Exploitation des mesures

La proportion d'eau perdue lors de la décongélation doit être calculée à l'aide de la formule suivante :

$$X_2 = \frac{m - m_1}{m} \times 100$$

Où :

- $X_2$  est la proportion d'eau perdue lors de la décongélation, en pourcents ;
- $m$  est la masse de l'échantillon avant décongélation, en grammes ;
- $m_1$  est la masse de l'échantillon après décongélation, en grammes.

Les résultats sont arrondis à l'unité.

## 5.3 Azote basique volatil

Méthode d'évaluation selon l'article 4.1 de la norme GB/T 5009.44 – 2003.

## 5.4 Mercure

Méthode d'évaluation selon la norme GB/T 5009.17 – 2003.

## 5.5 Arsenic

Méthode d'évaluation selon la norme GB/T 5009.11 – 2003.

## 5.6 Plomb

Méthode d'évaluation selon la norme GB/T 5009.12 – 2003.

## 5.7 Hexachlorocyclohexane et DDT

Méthode d'évaluation selon la norme 5009.19 – 2003.

## 5.8 DDVP

Méthode d'évaluation selon l'Annexe A de la présente norme.

## 5.9 Tétracycline, chlortétracycline et terramycine

Méthode d'évaluation selon la norme GB/T 14931.1 – 1994.

## 5.10 Sulfadimidine

Méthode d'évaluation selon le règlement SN 0208 – 1993.

## 5.11 Dichlorophénolpyridine

Méthode d'évaluation selon le règlement SN/T 0212.3 – 1993.

## 5.12 Diéthylstilbestrol

Méthode d'évaluation selon le règlement SN 0672 – 1997.

### **5.13 Colonies bactériales**

Inspection à conduire selon la norme GB/T 4789.2 – 2003.

### **5.14 Bactéries coliformes**

Inspection à conduire selon la norme GB/T 4789.3 – 2003.

### **5.15 Salmonelles**

Inspection à conduire selon la norme GB/T 4789.4 – 2003.

### **5.16 E.coli hémorragique**

Inspection à conduire selon le règlement SN/T 0973 – 2000.

### **5.17 Température à cœur des produits**

#### **5.17.1 Thermomètre**

Les mesures doivent être effectuées avec tout type de thermomètre, excepté les thermomètres en verre à mercure, adapté à des mesures entre 20 °C et 50 °C.

#### **5.17.2 Protocole de mesure**

Enfoncer dans la chair jusqu'au cœur une mèche de diamètre légèrement supérieur à celui du thermomètre. Retirer la mèche et enfoncer le thermomètre, prélever la mesure de la température lorsque l'affichage s'est stabilisé.

## **6. Inspection**

### **6.1 Types d'inspection**

#### **6.1.1 Inspection de routine**

6.1.1.1 Une inspection de routine doit être conduite dans les cas suivants :

- a) s'il s'agit de la première inspection à la réception pour un lot de produits ;
- b) si l'élevage de volailles a changé ;
- c) s'il s'agit des premiers produits transformés dans l'établissement ;
- d) si les opérations de transformation ont été conduites pendant six mois sans interruption, interrompues puis à nouveau reprises ;
- e) s'il existe une différence entre les résultats de l'inspection de routine précédente et ceux de l'inspection à la réception ;
- f) si un organisme de surveillance sanitaire ou un organisme de contrôle de la qualité l'exige.

6.1.1.2 L'inspection de routine comprend les éléments énoncés dans les tableaux 1, 2 et 3.

## 6.1.2 Inspection à la réception

6.1.2.1 Toutes les marchandises entrant dans l'établissement doivent subir une inspection à la réception.

6.1.2.2 L'inspection à la réception comprend les éléments énoncés dans le tableau 1, le calcul de la proportion d'eau perdue après décongélation, l'évaluation de l'azote basique volatil, le dénombrement des colonies bactériales et des bactéries coliformes.

## 6.2 Lot de produits

### 6.2.1 Lot régulier

Un lot régulier de produits se caractérise par les conditions de transformation, un même type de morceau (volailles entières, viandes, ailes, cuisses, têtes, pattes, viscères), un même conditionnement, pour des produits achetés en même temps. On compte les lots en contenants de type standard (ci-après dénommés « contenants standards »).

### 6.2.2 Lot ponctuel

Un lot ponctuel se caractérise par un même type de morceau (volailles entières, viandes, ailes, cuisses, têtes, pattes, viscères), un même conditionnement pour des produits ayant subi la même première inspection à la réception.

## 6.3 Echantillon

### 6.3.1 Echantillon pour une inspection de routine

Le tableau 4 suivant présente le nombre d'échantillons à prélever en fonction de la taille du lot considéré.

**Tableau 4**

Volume du lot (en nombre de contenants standards)	Volume de l'échantillon (en nombre de contenants standards)	Nombre limite de contenants standards défectueux admissibles
600 ou moins	13	2
601 à 2000	21	3
2001 à 7200	29	4
7201 à 15000	48	6
15001 à 24000	84	9
24001 à 42000	126	13
42001 ou plus	200	19

### 6.3.2 Echantillon pour une inspection à la réception

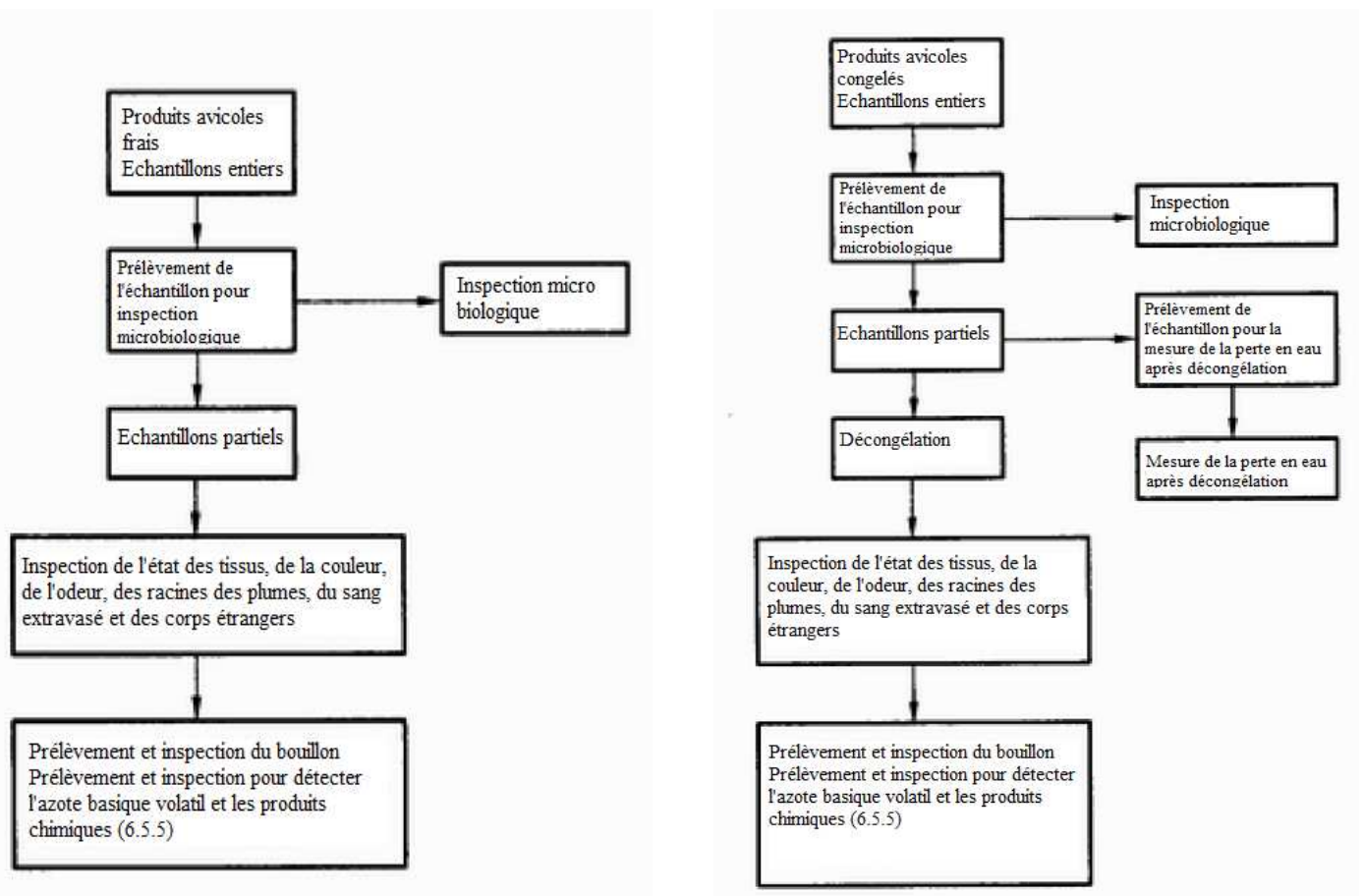
Le tableau 5 suivant présente le nombre d'échantillons à prélever en fonction de la taille du lot considéré.

**Tableau 5**

Volume du lot (en nombre de contenants standards)	Volume de l'échantillon (en nombre de contenants standards)	Nombre limite de contenants standards défectueux admissibles
600 ou moins	6	1
601 à 2000	13	2
2001 à 7200	21	3
7201 à 15000	29	4
15001 à 24000	48	6
24001 à 42000	84	9
42001 ou plus	126	13

### 6.4 Procédures de prélèvement d'échantillon et d'inspection

Les procédures de prélèvement d'échantillon et d'inspection pour les produits avicoles frais d'une part et congelés d'autre part sont présentées dans le diagramme 1 suivant :



## **6.5 Méthode de prélèvement des échantillons**

Les échantillons décrits ci-après ne doivent pas comporter de zones de sang extravasé, de racines de plumes ou d'impuretés.

### **6.5.1 Echantillon pour l'inspection microbiologique**

Prélever 3 à 5 contenants standards de l'échantillon entier. Prélever dans chacun d'entre eux 100 g d'échantillon, dans des conditions stériles, et les mélanger.

Attention : Il faut prélever du mélange 5 échantillons de 25 g chacun pour procéder au test des salmonelles, ainsi que 5 autres échantillons de 25 g chacun pour procéder au test d'E. coli.

### **6.5.2 Echantillon pour le calcul de la proportion d'eau perdue après décongélation**

Prélever 3 à 5 contenants standards de produits congelés. Prélever dans chacun d'entre eux 500 g d'échantillon, les mélanger et les conserver dans un récipient les maintenant à température.

### **6.5.3 Echantillon pour le test de détection de l'azote basique volatil**

Prélever 3 contenants standards. Prélever dans chacun d'entre eux 100 g d'échantillon sans os et sans graisses et les mélanger.

### **6.5.4 Echantillon pour le test du bouillon**

Prélever 3 contenants standards de volaille entière, de viande de volaille, d'ailes ou de cuisses, prélever dans chacun d'entre eux 100 g et les mélanger.

### **6.5.5 Echantillon pour la détection de produits chimiques (les 12 éléments énoncés dans le tableau 2)**

Prélever 3 contenants standards, prélever dans chacun d'entre eux 200 g de morceaux comestibles et les mélanger.

## **6.6 Critères de décision et deuxième inspection**

### **6.6.1 Types de défauts :**

6.6.1.1 Défaut commun : sang extravasé, racines de plumes non conformes.

6.6.1.2 Défaut grave : Etat des tissus, couleur, odeur, bouillon, non conformes aux exigences des tableaux 2 et 3 ; présence d'impuretés distinctement visibles.

### **6.6.2 Décisions pour chaque résultat :**

6.6.2.1 Décisions pour le sang extravasé et les racines de plumes : 1 contenant doit être comptabilisé.

Exemple 1 : Echantillon de 6 contenants standards, numérotés.

Résultats d'inspection : le contenant standard n°1 présente du sang extravasé, le contenant standard n°3 présente des racines de plumes non conformes.

Décision : 2 contenants standards sont défectueux.

Exemple 2 : Echantillon de 13 contenants standards, numérotés.

Résultats d'inspection : les contenants standards n°1 à n°13 présentent des racines de plumes non-conformes, le contenant standard n°8 présente du sang extravasé.

Décision : 13 contenants standards sont défectueux.

6.6.2.2 Décision après inspection de l'état des tissus, de la couleur, de l'odeur et du bouillon selon les tableaux 2 et 3 : si l'un de ces éléments présente une non-conformité, l'échantillon est considéré comme présentant un défaut grave.

#### 6.6.3 Décision après inspection de routine et deuxième inspection

6.6.3.1 Dans le cas où l'ensemble de la procédure de l'inspection de routine décrite à l'article 6.1.1.2 est conforme, les produits du lot considéré sont déclarés conformes.

6.6.3.2 Dans le cas où l'ensemble de la procédure de l'inspection de routine décrite à l'article 6.1.1.2 est non-conforme, les produits du lot considéré sont déclarés non-conformes, une deuxième inspection n'est pas nécessaire.

6.6.3.3 Si lors de l'inspection de routine, le nombre de contenants standards défectueux (voir article 6.6.1.1) détectés ne dépasse pas les limites fixées dans le tableau 4, le lot de produits considéré est déclaré conforme ; si au contraire les limites fixées dans le tableau 4 sont dépassées, une deuxième inspection doit être conduite et selon si les limites fixées sont à nouveau dépassées ou non, le lot est déclaré conforme ou non conforme.

#### 6.6.4 Décision après inspection à la réception et deuxième inspection

6.6.4.1 Dans le cas où l'ensemble de la procédure de l'inspection à la réception décrite à l'article 6.1.1.2 est conforme, les produits du lot considéré sont déclarés conformes.

6.6.4.2 Dans le cas où l'ensemble de la procédure de l'inspection à la réception décrite à l'article 6.1.1.2 est non-conforme, les produits du lot considéré sont déclarés non-conformes, une deuxième inspection n'est pas nécessaire.

6.6.4.3 Si lors de l'inspection à la réception, le nombre de contenants standards défectueux (voir article 6.6.1.1) détectés ne dépasse pas les limites fixées dans le tableau 5, le lot de produits considéré est déclaré conforme ; si au contraire les limites fixées dans le tableau 5 sont dépassées, une deuxième inspection doit être conduite et, selon si les limites fixées sont à nouveau dépassées ou non, le lot est déclaré conforme ou non conforme.

## **7. Etiquetage, signalétique, conditionnement et entreposage**

### **7.1 Etiquetage et signalétique**

#### **7.1.1 Etiquetage**

L'étiquetage à destination directe du consommateur doit satisfaire les exigences de la norme GB 7718.

#### **7.1.2 Signalétique sur le matériel de conditionnement de transport**

Les signes, dessins et symboles apposés sur l'emballage lors du transport doivent satisfaire les exigences des normes GB/T 191 et GB/T 6388.

### **7.2 Conditionnement**

Les produits avicoles frais ou congelés doivent être emballés. Le matériel de conditionnement utilisé doit être neuf et satisfaire les normes sanitaires correspondantes.

### **7.3 Entreposage**

Les produits avicoles congelés doivent être entreposés dans des chambres froides à au minimum  $-18\text{ }^{\circ}\text{C}$ . La température des entrepôts ne doit pas varier de plus d' $1\text{ }^{\circ}\text{C}$ .



## **ANNEXE A**

### **(Annexe à caractère normatif)**

## **Détection des résidus de pesticides organophosphorés dans les produits alimentaires d'origine animale**

La présente annexe encadre la détection des résidus de pesticides organophosphorés (le méthamidophos, le dichlorvos, l'acéphate, le monochrotophos, le diméthoate, le disulfoton, le parathion méthyl, le fénitrothion, le pirimiphos méthyl, le malathion, le fenthion, le parathion et l'éthion) dans les produits avicoles, le lait et les produits laitiers, les œufs et les produits à base d'œufs.

Les concentrations maximales en résidus sont respectivement de : 5,7 µg/kg pour le méthamidophos, 3,5 µg/kg pour le dichlorvos, 10,0 µg/kg pour l'acéphate, 12,0 µg/kg pour le monochrotophos, 2,6 µg/kg pour le diméthoate, 1,2 µg/kg pour le disulfoton, 2,6 µg/kg pour le parathion méthyl, 2,9 µg/kg pour le fénitrothion, 2,5 µg/kg pour le pirimiphos méthyl, 2,8 µg/kg pour le malathion, 2,1 µg/kg pour le fenthion, 2,6 µg/kg pour le parathion et 1,7 µg/kg pour l'éthion.

### **A.1 Prérequis**

L'échantillon doit être prélevé, purifié, concentré et séparé (séparation par chromatographie en phase aqueuse par colonnes capillaires) au moyen d'un détecteur à photométrie de flamme, avec lecture du temps de rétention.

Ordre des pics : méthamidophos, dichlorvos, acéphate, monochrotophos, diméthoate, disulfoton, parathion méthyl, fénitrothion, pirimiphos méthyl, malathion, fenthion, parathion et éthion.

### **A.2 Réactifs**

Les réactifs utilisés sont, sauf indication contraire, tous purs ; l'eau utilisée doit satisfaire les exigences de la norme GB/T 6682.

A.2.1 Acétone : fortement dilué.

A.2.2 Dichlorométhane : fortement dilué.

A.2.3 Acétate d'éthyle : fortement dilué.

A.2.4 Cyclohexane : fortement dilué.

A.2.5 Chlorure de sodium.

A.2.6 Sulfate de sodium anhydre.

A.2.7 Gel Bio-Beads S-X3 (ou gel similaire) de mailles 200 à 400.

A.2.8 Pesticides organophosphorés standards : méthamidophos, dichlorvos, acéphate, monochrotophos, diméthoate, disulfoton, parathion méthyl, fénitrothion, pirimiphos méthyl, malathion, fenthion, parathion et éthion, de concentration d'au moins 99%.

A.2.9 Solutions de pesticides organophosphorés

A.2.9.1 Solution mère de chaque pesticide organophosphoré : prélever avec précision 0.0100 g de chaque pesticide organophosphoré, déposer chaque prélèvement dans un bécher contenant 25 mL. Utiliser comme solvant l'acétate d'éthyle (concentration de 400 µg/mL).

A.2.9.2 Mélange des pesticides organophosphorés en solution (solution fille) : Avant de procéder aux mesures, prélever dans chaque solution-mère (voir A.2.9.1) un volume pour chaque pesticides organophosphorés et les mélanger dans un solvant chloré pour obtenir une solution de 10 mL. Prélever et purifier comme expliqué aux articles A.5.1.3 et A.5.2 le lait de vache frais et le diluer, à volume constant. Concentration de chaque pesticide organophosphoré dans le mélange en solution : 16 µg/mL pour le méthamidophos, 80 µg/mL pour le dichlorvos, 24 µg/mL pour l'acéphate, 80 µg/mL pour le monochrotophos, 16 µg/mL pour le diméthoate, 24 µg/mL pour le disulfoton, 16 µg/mL pour le parathion méthyl, 16 µg/mL pour le fénitrothion, 16 µg/mL pour le pirimiphos méthyl, 16 µg/mL pour le malathion, 24 µg/mL pour le fenthion, 16 µg/mL pour le parathion et 8 µg/mL pour l'éthion.

Attention : si l'étude ne porte que sur le dichlorvos, ne préparer que une solution-mère de dichlorvos et une solution fille de dichlorvos.

### **A.3 Equipement**

A.3.1 Chromatographe en phase gazeuse : équipé d'un détecteur à photométrie de flamme, à colonnes capillaires.

A.3.2 Evaporateur rotatif.

A.3.3 Colonne de gel de purification : 30 cm de longueur, 2,5 cm de diamètre intérieur. Colonne à séparateurs en verre avec pistons ; filtres en fibre de verre ; gel avec éluant d'acétate d'éthyle et cyclohexane (1 : 1), cylindre de 26 cm de haut constamment plongé dans le liquide de purification.

## **A.4 Types d'échantillon**

A.4.1 Œufs et produits à base d'œufs : mélange épais homogène.

A.4.2 Viandes et produits carnés : petits morceaux désossés et dégraissés, réduits en pâte.

A.4.3 Lait et produits laitiers : mélange homogène.

## **A.5 Procédure détaillée**

### **A.5.1 Prélèvement, répartition et concentré**

A.5.1.1 Œufs et produits à base d'œufs : Prélever 20 g d'échantillon (précision de 0,01 g) et les introduire dans un erlenmeyer de 100 mL, ajouter 5 mL d'eau (compte-tenu de la teneur en eau de l'échantillon, la quantité d'eau totale est portée à 20 g, en général, la teneur en eau des produits à base d'œufs est de 75 %, il est possible d'ajouter encore 5 mL), ajouter 40 mL d'acétone, agiter pendant 30 min. Ajouter 6 g de chlorure de sodium puis mélanger jusqu'à obtenir un mélange homogène. Ajouter 30 mL de dichlorométhane et agiter pendant 30 min. Prélever 35 mL de la phase supérieure, filtrer à travers le sulfate de sodium anhydre dans l'évaporateur rotatif, pour obtenir un concentré d'environ 1 mL. Ajouter 2 mL de solvant acétate d'éthyle – cyclohexane (1 : 1) et concentrer à nouveau. Répéter les manipulations trois fois, pour obtenir un concentré d'environ 1 mL.

A.5.1.2 Viandes et produits carnés : Prélever 20 g d'échantillon (précision de 0,01 g) et les introduire dans un erlenmeyer de 100 mL, ajouter 6 mL d'eau (compte-tenu de la teneur en eau de l'échantillon, la quantité d'eau totale est portée à 20 g, en général, la teneur en eau des viandes fraîches est de 70 %, il est possible d'ajouter encore 6 mL). Opérer les manipulations énoncées à l'article A.5.1.1.

A.5.1.3 Lait et produits laitiers : Prélever 20 g d'échantillon (précision de 0,01 g) et les introduire dans un erlenmeyer de 100 mL (il n'est pas nécessaire d'ajouter d'eau pour les produits laitiers, l'acétone est suffisant). Opérer les manipulations énoncées à l'article A.5.1.1.

### **A.5.2 Purification**

Purifier le concentré obtenu (voir A.5.1) avec un solvant acétate d'éthyle–cyclohexane (1 : 1). Prélever 35 à 70 mL et les filtrer dans l'évaporateur rotatif jusqu'à obtenir 1 mL. Procéder à une nouvelle purification, prélever 35 à 70 mL et les filtrer dans l'évaporateur rotatif jusqu'à obtenir 1 mL. Introduire dans une éprouvette graduée, ajouter 5 mL d'acétate d'éthyle pour procéder à une purification dans l'évaporateur, récupérer le liquide de nettoyage dans une éprouvette. Utiliser 1 mL de chlore puis 1 mL d'acétate d'éthyle pour procéder à la

chromatographie.

### A.5.3 Chromatographie

A.5.3.1 Colonne chromatographique : colonne capillaire à quartz fondus, de diamètre intérieur de 0,32 mm, de longueur 30 mm ; phase stationnaire SE – 54, épaisseur de 0,25 µm.

A.5.3.2 Température de la colonne : étapes d'augmentation de la température

60°C/1 min  $\xrightarrow{40^\circ\text{C}/\text{min}}$  110°C  $\xrightarrow{5^\circ\text{C}/\text{min}}$  235°C  $\xrightarrow{40^\circ\text{C}/\text{min}}$  265°C

A.5.3.3 Température à l'introduction de l'échantillon : 270 °C.

A.5.3.4 Détecteur : détecteur à photométrie de flamme (FPD-P), température 270 °C.

A.5.3.5 Comburant : chlore gazeux, débit d'alimentation de 50 mL/min.

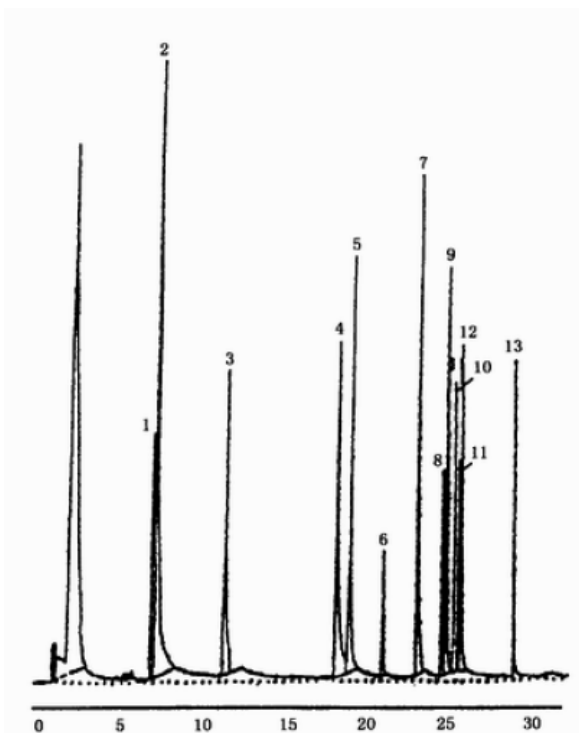
A.5.3.6 Alimentation en hydrogène : 50 mL/min ; alimentation en air : 500 mL/min.

### A.5.4 Détection

Prélever 1 µL de la solution mère mélange de pesticides organophosphorés (voir A.2.9.2) et l'échantillon purifié (voir A.5.2) et les introduire dans le chromatographe. Afin de conserver le temps de rétention, les pics correspondants à l'échantillon testé et aux solutions témoins sont plutôt fixes.

### A.5.5 Diagramme de chromatographie de 13 pesticides organophosphorés

1. méthamidophos
2. dichlorvos
3. acéphate
4. monochrotophos
5. diméthoate
6. disulfoton
7. parathion méthyl
8. fénitrothion
9. pirimiphos méthyl
10. malathion
11. enthion
12. parathion
13. éthion



### A.5.6 Exploitation des résultats

Les concentrations en résidus de pesticides organophosphorés dans l'échantillon se calculent selon la formule suivante :

$$X = \frac{m_1 \times V_2 \times 1000}{m \times V_1 \times 1000} = \frac{m_1 \times V_2}{m \times V_1}$$

Où :

- $X$  est la concentration en résidus de pesticide organophosphoré dans l'échantillon, exprimé en mg/kg ;
- $m$  est la masse de l'échantillon, en g ;
- $m_1$  est la teneur en pesticide organophosphoré de l'échantillon étudié, en ng ;
- $V_1$  est le volume de l'échantillon de départ, en  $\mu\text{L}$  ;
- $V_2$  est le volume constant du liquide de test, en mL.

### A.7 Différence tolérée

Une différence maximale de 20 % entre deux mesures pour un même échantillon est tolérée.

### A.8 Degré de précision

Le degré de précision est évalué grâce au taux de récupération.

Le taux de récupération, pour lequel il faut ajouter de la viande, ou de l'œuf, ou du lait, à la solution fille (A.2.9.2), doit être compris entre 70 % et 110 % et se calcule selon la formule suivante :

$$Y = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100$$

Où :

- $Y$  est le taux de récupération, en pourcents ;
- $m_1$  est la masse du mélange solution fille et élément ajouté ;
- $m_2$  est la teneur de l'élément ajouté dans l'échantillon ;
- $m$  est la masse de l'élément ajouté.